

Replica Techniques for the Study of Fracture Surfaces and Topography Study in General

Abdruckverfahren für die Untersuchung der Oberflächentopographie insbesondere von Bruchflächen

Jürgen D. Eckert

(De Beers, Diamond Research Laboratory, Johannesburg, South Africa)

Introduction

A replica technique, developed a number of years ago by the present author [1,2], has been revived, adapted and diversified to accommodate the study of bulk surfaces and single particles. It makes use of a water soluble plastic or acetate film and silicone rubber. This technique can be employed for particular applications, such as the examination of fracture surfaces, wear experiments, turning tool tests etc.

The reason for developing the above technique was in most cases to overcome the sample size limitations in the scanning electron microscopes. Specimens for the examination in the SEM normally do not exceed 12 mm in diameter and 10 mm in thickness. It is therefore not possible to scan bulk material.

These replica techniques produce negative impressions. These are transformed by switching the SEM image mode to the inverted signal. Alternatively a two-stage replica method can be applied. The negative replica is formed by a water based non-toxic plastic. This negative replica is peeled off and a positive replica is prepared using a methacrylate based plastic.

Water Soluble Replica Technique

In this replica technique, a carboxy methyl cellulose sodium salt is prepared as a medium viscosity solution and spread on to a glass slide to dry.

Einleitung

Ein vor mehreren Jahren vom Verfasser entwickeltes Abdruckverfahren [1,2] wurde wieder aufgegriffen und so angepaßt bzw. auch abgeändert, daß damit die Untersuchung von Oberflächen großvolumiger Proben und von Einzelpartikeln möglich ist. Hierzu wird entweder ein wasserlöslicher Kunststofffilm, ein Acetatfilm oder Silikonkautschuk verwendet. Das Verfahren ist besonders für die Untersuchung von Bruchflächen und für Verschleißuntersuchungen, Drehwerkzeugtests u. ä. geeignet.

Das ursprüngliche Abdruckverfahren war in erster Linie entwickelt worden, um die Begrenzung der Probengröße im Rasterelektronenmikroskop zu überwinden. In den meisten REM können nur Proben bis zu einem Durchmesser von 12 mm und einer Höhe von 10 mm untersucht werden. Eine Probe mit größerem Volumen kann deshalb nicht direkt abgerastert werden.

Replikaverfahren erzeugen negative Abdrücke. Dieser Effekt kann ausgeglichen werden, wenn das REM auf den inversen Modus umgeschaltet werden kann. Alternativ dazu kann ein zweistufiges Abdruckverfahren angewendet werden. Der Negativabdruck wird mit einem ungiftigen Kunststoff auf Wasserbasis verstärkt. Danach wird der Negativabdruck abgezogen und hiervon mit einem Methacrylat-Kunststoff ein Positiv-Abdruck genommen.

Verfahren mit wasserlöslichem Film

Bei diesem Verfahren wird zunächst aus einem Carboxymethylcellulose-Natriumsalz eine Lösung mittlerer Viskosität hergestellt und zum

J. D. Eckert: Replica Techniques/Abdruckverfahren

Once dried the solid film can be cut to any size and used on practically any solid surface.

When preparing replicas of small objects e. g. crystals, garnets, swarf etc. the surface of the plastic is moistened with water and the specimen or specimens placed on it. The specimens are removed when the plastic has dried and hardened.

If replicas of large specimens are required, the surface of the specimen is moistened with a water droplet from a syringe and then replicated using the plastic film. This procedure should be repeated once or twice to remove contamination from the surface before the final replica is prepared. When the plastic is dry, it is stripped from the specimen.

The plastic replicas thus produced are placed on SEM stubs and mounted using a suitable conductive glue. The replicas are gold or carbon coated in the conventional manner.

Replica Technique Using Acetate Film

This replica technique follows basically the same procedure as described in the previous section. The material used is a substance known as Triafol, a cellulose acetate film that dissolves in acetone. Under normal circumstances the negative replica is formed by a water based plastic and subsequently replicated using a methacrylate based plastic to produce a positive. In our case, since the SEM 515 available has an in built inverted signal facility, the procedure of producing a positive replica can be omitted. The negative acetate film replica is gold coated in the normal way.

Replica Technique Using Silicone Rubber

To obtain a silicone rubber film, Silastic 9161 RTV silicone rubber is used. This material is a solvent free, easy-to-pour liquid which cures at room temperature by adding a small quantity of Dow Corning N 9162 liquid catalyst. Having made a pourable mixture, it is applied to the area of

Trocknen auf ein Glasplättchen aufgetragen. Nach dem Trocknen kann der entstandene Film in beliebiger Größe zugeschnitten und auf praktisch jeder festen Oberfläche verwendet werden.

Sollen Abdrücke von kleinen Objekten wie Kristallen, Granaten, Spänen u. ä. hergestellt werden, wird die Filmoberfläche mit Wasser angefeuchtet und die Probe oder Proben darauf gelegt. Die Proben werden nach dem Trocknen und Erhärten des Kunststoffs wieder entfernt.

Werden dagegen Abdrücke von großen Proben benötigt, wird die Probenoberfläche mit Wasser aus einer Spritzflasche befeuchtet und danach mit dem Kunststoffilm repliziert. Dieser Vorgang sollte ein- oder zweimal wiederholt werden, um mögliche Verunreinigungen von der Oberfläche abziehen, bevor der endgültige Abdruck hergestellt wird. Nach dem Trocknen wird der Film von der Oberfläche abgezogen.

Die Replikas werden auf REM-Probenhalterblöckchen mit einem leitenden Klebstoff befestigt und auf konventionelle Weise mit Gold oder Kohlenstoff bedampft.

Replikaverfahren mit Acetatfilm

Das Verfahren entspricht grundsätzlich der im vorigen Abschnitt beschriebenen Vorgehensweise. Als Abdruckmaterial wird Triafol, ein in Aceton löslicher Celluloseacetatfilm, verwendet. Unter üblichen Bedingungen wird der Negativabdruck mit einem Kunststoff auf Wasserbasis verstärkt, und anschließend wird mit einem Methacrylatbasis-Kunststoff ein Positiv-Abdruck angefertigt. In unserem Fall kann auf die Anfertigung eines Positivabdrucks verzichtet werden, da das zur Verfügung stehende SEM 515 auf Inversen Modus umgeschaltet werden kann. Der Acetatfilm-Negativabdruck wird wie gewohnt mit Gold bedampft.

Replikaverfahren mit Silikonkautschuk

Um einen Silikonkautschukfilm zu erhalten, wird Silastic 9161 RTV Silikonkautschuk verwendet. Dieses leicht gießbare Material ist Lösungsmittelfrei und härtet bei Raumtemperatur durch Zugabe einer geringen Menge Dow Corning N 9162 Härterflüssigkeit. Nach dem Anmischen wird die



Fig. 1 a. Actual micrograph of surface

Fig. 1 a. Direkte REM-Aufnahme der Oberfläche

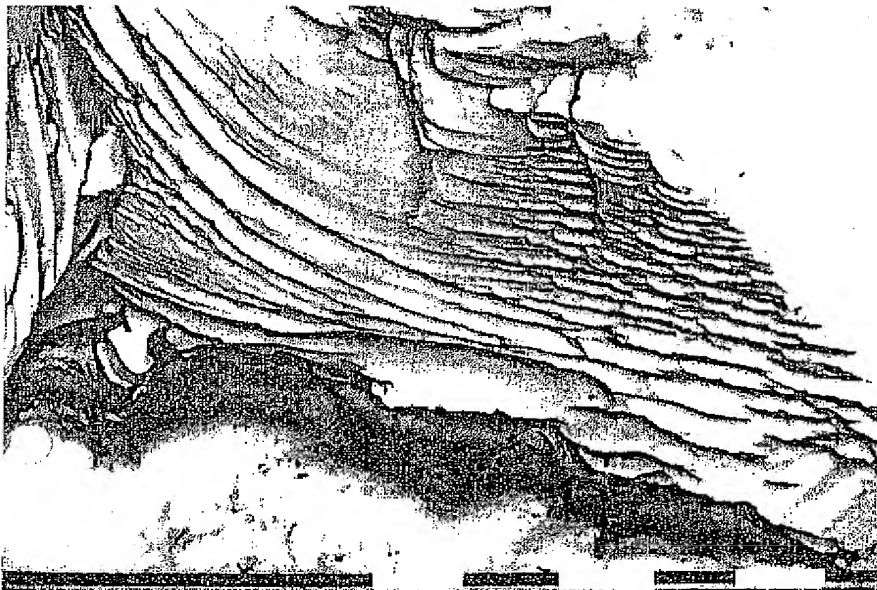


Fig. 1 b. Water soluble plastic replica

Fig. 1 b. Abdruck mit wasserlöslichem Kunststoffilm

Figs. 1 a and b. Application of the replica technique to a fracture surface (10 μm marker)

Fig. 1 a und b. Demonstration des Replikaverfahrens am Beispiel einer Bruchfläche (10 μm -Maßstab)

interest. Curing takes about 10 to 15 min and the negative impression is then stripped from the chosen area of the specimen. The first impression helps to remove any unwanted particles from the surface. The procedure is repeated and the replica is then ready for the next stage, which is the deposition of gold on to its surface. Alternatively, a silicone rubber called "President" used by dental technicians has proved to be an excellent replication product.

Gießmasse auf den interessierenden Oberflächenbereich aufgetragen. Die Aushärtung erfolgt innerhalb von 10 bis 15 min. Danach kann der Negativabdruck von der Probenoberfläche abgenommen werden. Mit dem ersten Abdruck werden wiederum die Verunreinigungen von der Oberfläche entfernt. Der Vorgang wird wiederholt, und der Abdruck ist für die Weiterbehandlung fertig, d. h. für die Oberflächenbedampfung mit Gold. Als Alternative werden auch mit einem „President“ genannten, in der Zahntechnik eingesetzten Silikonkautschuck ausgezeichnete Ergebnisse erhalten.

Conclusion

Having produced a negative image of a desired surface leaves the task of correcting the mirror image. This can be remedied using pos/neg Polaroid film. The final product is a contact print.

Rough surfaces should be replicated with a tougher film such as silicone rubber or acetate film. A carboxy methyl cellulose film should be applied on smooth/medium surfaces.

Acceptable impressions suitable for examination at magnifications in excess of 5000 x have been successfully obtained using the water soluble replica technique (Figs. 1 a and b). In addition, carbon replicas of diamond surfaces have been prepared and studied in the TEM highlighting details of the order of 5 nm that were readily resolved (40,000 x plus).

Summarizing, the advantages of the replica techniques are as follows:

1. Large samples can be evaluated.
2. No charging effects
3. Shadowing can be used to enhance features.
4. Easy to use
5. A permanent record of the surface is obtained.

Schlußfolgerungen

Als Folge des Negativabdrucks bleibt immer noch die Aufgabe, die spiegelbildliche Wiedergabe zu korrigieren. Ein Mittel hierfür ist die Verwendung von Polaroid-pos/neg-Filmen. Das Endergebnis ist ein Kontaktabzug.

Abdrücke von rauen Oberflächen sollten mit einem zähen Film, also mit Silikonkautschuk oder Acetatfilm, hergestellt werden. Der Carboxymethylcellulose-Film ist für glatte bis mittlere Oberflächen geeignet.

Abdrücke, die für Untersuchungen bei Vergrößerungen über 5000 x geeignet sind, lassen sich erfolgreich mit dem Replikaverfahren mit wasserlöslichem Film präparieren (Fig. 1 a und b). Außerdem wurden Kohlenstoffreplikas von Diamantoberflächen präpariert und im TEM untersucht, wobei bemerkenswerterweise Details in der Größenordnung von 5 nm noch ausreichend aufgelöst werden konnten (Vergrößerung über 40 000 x).

Die Vorteile des vorgestellten Verfahrens lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Große Proben werden für eine Untersuchung zugänglich.
2. Keine Aufladungseffekte
3. Durch eine Beschattung können die Merkmale hervorgehoben werden.
4. Leichte Handhabung
5. Ein bleibendes Abbild der Oberfläche wird erhalten.

References/Literatur

- 1 J. D. Eckert, *Industrial Diamond Rev.* 28 (1968) 75/77
- 2 J. D. Eckert, R. J. Caveney, *J. Physics E: Sci. Instr.* 3 (1970) 413/414

Accepted: December 20, 1995

Angenommen: 20. Dezember 1995
Übersetzung: K. Exner

Author's address/Anschrift des Verfassers:

De Beers, Diamond Research Laboratory, POB 1770, Southdale 2135, Johannesburg, South Africa